

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

#2  
D.6.  
4-2-12

**Aktenzeichen:** 101 01 769.3

**Anmeldetag:** 17. Januar 2001

**Anmelder/Inhaber:** Bayer Aktiengesellschaft,  
Leverkusen/DE

**Bezeichnung:** Verfahren zur Herstellung von  
Magnetitteilchen

**IPC:** C 01 G, C 09 C

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 15. November 2001  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
Der Präsident  
Im Auftrag

Sieck

### Verfahren zur Herstellung von Magnetitteilchen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Magnetitteilchen.

5 Teilchenförmige Magnetite, die durch ein Fällverfahren aus wäßrigen Lösungen hergestellt werden, sind seit langem bekannt. In US-A 802 928 wird bereits die Herstellung von Magnetit durch Fällung von Eisen-II-sulfat mit einer alkalischen Komponente und anschließender Oxidation mit Luft beschrieben. In zahlreichen weiteren, nachfolgenden Druckschriften wird ebenfalls die Herstellung von Magnetiten nach  
10 dem Fällungsverfahren beschrieben.

Die Herstellung von Magnetiten nach dem Fällungsverfahren unter Zusatz von Silicium wird in JP-A-51 044 298 beschrieben. Reine Fällungsmagnetite ohne Zusatz von Fremdelementen können nach DE-A 3 209 469 diskontinuierlich oder nach  
15 DE-A 2 618 058 kontinuierlich hergestellt werden. Normalerweise wird  $\text{FeSO}_4$  als Eisen-II-salz eingesetzt.

Es ist jedoch auch möglich zur Herstellung eines Magnetits nach dem Fällungsverfahren jegliches lösliche Eisen-II-salz einzusetzen. Insbesondere kommt hier der Einsatz von  $\text{FeCl}_2$ , wie in DE-A 3 004 718 beschrieben, in Frage. Der Einsatz von  $\text{FeSO}_4$  oder  $\text{FeCl}_2$  hat den Vorteil, dass beide Stoffe in großen Mengen sehr preiswert als Abfallstoffe von der eisenverarbeitenden Industrie bezogen werden können. Als Fällungsmittel kommt neben dem am häufigsten eingesetzten Natriumhydroxid auch  
20  $\text{CaO}$  oder  $\text{CaCO}_3$  (DE-A 3 004 718), Ammoniak (DE-A 2 460 493) oder  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  
25  $\text{MgCO}_3$  oder  $\text{MgO}$  (EP-A 0 187 331) in Frage. Als Oxidationsmittel wird in der Regel Luft eingesetzt. Es werden jedoch auch Verfahren zur Oxidation mit Nitraten (DD-A 216 040 und DD-A 284 478) beschrieben.

Die Magnetite fanden zunächst zur Herstellung von Farben aller Art Anwendung.  
30 Der besondere Vorteil von Magnetiten gegenüber organischen Farbstoffen und Ruß

liegt in ihrer sehr viel besseren Wetterbeständigkeit, so dass Farben mit Magnetit auch im Außenbereich angewendet werden können.

Weiterhin werden Fällungsmagnetite gern zur Einfärbung von Betonformteilen, wie z.B. Betonpflastersteinen oder Betondachsteinen eingesetzt.

Seit geraumer Zeit werden Magnetite auch in der Elektrofotografie zur Herstellung von Tonern verwendet. Zur Herstellung der Toner für Kopiergeräte mit Einkomponententonern werden bevorzugt Magnetite, die nach dem Fällungsverfahren hergestellt wurden, eingesetzt. Der hierfür eingesetzte magnetische Toner muß verschiedene Eigenschaften aufweisen. Mit fortschreitender Entwicklung und Verbesserung der Kopiergeräte und Drucker wurden die Anforderungen an den magnetischen Toner und folglich an den hierfür verwendeten Magnetit immer höher. Die neueste Druckergeneration erreicht eine Auflösung von mehr als 400 dpi (Punkte pro Zoll), wozu die Entwicklung feinteiliger Toner mit sehr enger Teilchengrößenverteilung erforderlich war. Dies hatte zur Folge, dass die hierfür verwendeten Magnetite ebenfalls eine sehr enge Teilchengrößenverteilung aufweisen müssen. Weiterhin ist eine bestimmte Teilchengröße erforderlich, so dass eine homogene Verteilung der Magnetitteilchen im fertigen Toner gewährleistet ist. Die Magnetite selbst müssen einen ausreichend hohen elektrischen Widerstand haben, um das latente Bild während der elektrostatischen Übertragung zu stabilisieren. Weiterhin müssen Koerzitivkraft, Sättigungsmagnetisierung und vor allem die remanente Magnetisierung im richtigen Verhältnis zu den in der Maschine herrschenden Feldstärken sein.

Der vorliegenden Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, ein technisch besonders einfaches und daher auch kostengünstiges Verfahren zur Herstellung von Magnetiten mit einer Koerzitivkraft von 80 bis 130 Oe ( $= 6,366 \text{ kA/m}$  bis  $10,345 \text{ kA/m}$ ) und oktaedrischer Teilchenform für die Herstellung von magnetischen Tonern zur Verfügung zu stellen.

Diese Aufgabe konnte mit dem erfindungsgemäßen Verfahren gelöst werden: Überraschenderweise wurde gefunden, dass durch Erhöhung des Verhältnisses Fe-II zu alkalischer Komponente auf 0,38 bis 0,44, bei Temperaturen von 50 bis 100 °C, bevorzugt bei 70 bis 90°C und rascher Oxidation (bis zu 50 mol% Fe-II) ein für Standardanwendungen im Bereich Toner verwendbarer Magnetit entsteht. Durch die hohe Oxidationsgeschwindigkeit wird das Verfahren besonders wirtschaftlich, da die Anlagen besonders gut ausgenutzt werden können.

Diese so erhältlichen Magnetite können nicht nur in magnetischen Tonern eingesetzt werden, sondern auch zur Einfärbung von Papier, Kunststoff, Lacken, Fasern und Beton und zum Einsatz in Farben verwendet werden.

Magnetite mit einer Koerzitivkraft von 80 bis 130 Oe (= 6,366 KA/m bis 10,345 KA/m) und oktaedrischer Teilchenform sind nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhältlich, indem

- a) eine alkalische Komponente in Form einer wäßrigen Lösung unter Schutzgas vorgelegt wird,
- b) die alkalische Komponente auf eine Temperatur von 50° bis 100° C, vorzugsweise auf 70° bis 90° C aufgeheizt wird,
- c) eine Eisen-II-komponente in Form einer wäßrigen Lösung in einer Menge zugegeben wird, so dass ein Molverhältnis von Fe-II-komponente zu einem Äquivalent alkalischer Komponente von 0,38 bis 0,45 vorliegt, und wobei die Temperatur auf 50° bis 100°C, vorzugsweise 70° bis 90°C, gehalten wird,
- d) die unter c) erhaltene Suspension mit einem Oxidationsmittel behandelt wird, so dass sich eine Oxidationsgeschwindigkeit von 20 bis 50 mol% Fe-

II/h einstellt, bis ein Fe-III-Gehalt von mehr als 65 mol-% in der Eisenverbindung vorliegt,

5 e) nach der Oxidation unter d) erneut eine Fe-II-Komponente in Form einer wäßrigen Lösung zu der in d) erhaltenen Suspension in einer Menge gegeben wird, dass ein Molverhältnis von unter c) eingesetztem Fe-II zu einem Äquivalent insgesamt eingesetzter, alkalischer Komponente von 0,47 bis 0,49, erhalten wird,

10 f) die unter e) erhaltene Suspension erneut mit einem Oxidationsmittel behandelt wird, so dass sich eine Oxidationsgeschwindigkeit von 20 bis 50 mol% Fe-II/h einstellt, bis ein Fe-III-Gehalt von mehr als 65 mol-% in der Eisenverbindung vorliegt, und dann

15 g) filtriert und der Rückstand gewaschen, getrocknet und gemahlen wird.

Als alkalische Komponente kann vorzugsweise ein Alkalimetallhydroxid, ein Erdalkalimetallhydroxid, ein Erdalkalimetalloxid, ein Alkalimetallcarbonat,  $\text{MgCO}_3$  oder Ammoniak eingesetzt werden.

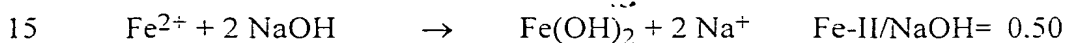
20 Als Eisen-II-komponente wird vorzugsweise ein wasserlösliches Fe-II-salz eingesetzt, besonders bevorzugt Eisensulfat oder Eisendichlorid. Es ist jedoch auch möglich andere wasserlösliche Fe-II-Verbindungen einzusetzen, insbesondere wenn diese zu vergleichbaren Preisen zur Verfügung stehen.

25 Als Oxidationsmittel können vorzugsweise Luftsauerstoff, reiner Sauerstoff,  $\text{H}_2\text{O}_2$ , Chlor, Alkalimetallchlorate (z.B.  $\text{NaOCl}$ ,  $\text{NaClO}_3$ ,  $\text{NaClO}_4$ ) oder Nitrate eingesetzt werden. Besonders bevorzugt werden Luftsauerstoff, reiner Sauerstoff,  $\text{H}_2\text{O}_2$  oder Natriumnitrat eingesetzt.

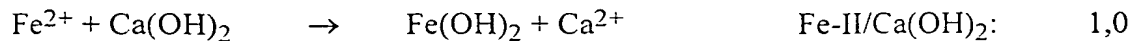
Eine besonders bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens soll im folgenden näher beschrieben werden:

5 Natronlauge mit einem Gehalt von 300 g NaOH pro Liter Wasser wird in einem diskontinuierlichen Rührkessel unter Rühren und Schutzgasdurchleitung vorgelegt.

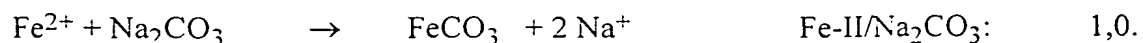
10 Anschließend wird auf eine Temperatur zwischen 50 und 100°C, bevorzugt zwischen 70 und 90°C, aufgeheizt. Ist diese Temperatur erreicht, so wird mit der Dosierung der Fe-II-Komponente begonnen. Die Berechnung der Fe-II-Komponente erfolgt über das angestrebte Verhältnis NaOH/Fe-II. Wird beispielsweise ein NaOH/Fe-II-Verhältnis von 0,55 angestrebt und werden 100 mol NaOH vorgelegt, so müssen  $100 \cdot 0,55 = 55$  mol Fe-II-Komponente zugegeben werden. Der Berechnung des Alkalimetallhydroxid/Fe-II-Verhältnisses liegt die Gleichung



zugrunde. Wird eine alkalische Komponente eingesetzt, die in einem anderen stöchiometrischen Verhältnis mit der Fe-II-komponente zu  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  oder  $\text{FeCO}_3$  reagiert, so ist das Verhältnis entsprechend zu verändern. Dieser Fall tritt z.B. bei der  
20 Verwendung von Carbonaten oder Erdkalimetallhydroxiden oder -oxiden auf, so dass sich in diesen Fällen folgende Gleichung ergibt:



25 oder



30 Die Dosierung der Fe-II-Komponente erfolgt vorzugsweise mit einer solchen Geschwindigkeit, dass kein Abfall der Temperatur auftritt. Nachdem die Zugabe der berechneten Menge der Fe-II-Komponente beendet ist, wird gegebenenfalls nochmals

auf 50 bis 100°C aufgeheizt. In vielen Fällen sind die Temperatur unter b) und die Temperatur unter c) identisch, so dass ein nochmaliger Aufheizenschritt in c) nicht erforderlich ist. Ist die Temperatur erreicht, so wird die Schutzgasbegasung beendet und mit der Zugabe des Oxidationsmittels begonnen. Im Falle einer Luftbegasung wird Luft über eine Begasungsvorrichtung unterhalb des Rührers eingeleitet. Die pro Stunde zugeführte Luftmenge beträgt zwischen 5 und 15 l/h pro mol Fe-II. Bei Verwendung von  $\text{NaNO}_3$  wird das Oxidationsmittel als wäßrige Lösung innerhalb von 5 bis 30 Minuten zugepumpt. Die hierbei erforderliche Menge berechnet sich nach:

$$\text{NaNO}_3 [\text{mol}] = \text{Fe-II} [\text{mol}] * 0,67 * 1/8.$$

Für 100 mol Fe-II sind demnach 8,375 mol  $\text{NaNO}_3$  erforderlich. Die Berechnung der anderen Oxidationsmittel erfolgt entsprechend den Redoxäquivalenten der jeweiligen Oxidationsmittel. Es ist zu beachten, dass nur maximal 66,6 % des Fe-II für die Herstellung von Magnetit oxidiert werden müssen.

Die Oxidation ist vorzugsweise beendet, wenn ein Fe-III-Gehalt von mehr als 65 mol-% erreicht ist. Dies kann durch Redoxtitration festgestellt werden.

Im Anschluß an diese Oxidation wird eine wäßrige Lösung einer Fe-II-Komponente zugegeben bis sich ein Verhältnis Fe-II/alkalische Komponente von 0,47 bis 0,49 einstellt. Diese erneute Zugabe von Fe-II dient der vollständigen Ausnutzung der vorgelegten alkalischen Komponente. Würde dieser Schritt nicht durchgeführt, so ginge ein beträchtlicher Teil der alkalischen Komponente ins Abwasser, wo er aufwendig neutralisiert werden müßte. Danach wird wieder mit einer Geschwindigkeit von bis zu 50 mol% Fe-II/h oxidiert bis ein Fe-III-Gehalt von mehr als 65 mol% erreicht ist.

Nach Abschluß der zweiten Oxidation wird das Produkt filtriert, gewaschen und getrocknet. Vor der Trocknung kann das Produkt zur Verbesserung der Thermostabilität und der Dispergierbarkeit nachbehandelt werden. Hierzu wird vorzugsweise ein Polysiloxan oder organischer Ti-Ester eingesetzt.

Beyorzugt werden folgende Parameter eingestellt:

- Alkalische Komponente: NaOH
- Fe-Komponente: FeSO<sub>4</sub>
- Reaktionstemperatur: 80 bis 90 °C
- 5 - FeSO<sub>4</sub>/NaOH: 0,43 bis 0,41
- Oxidationsgeschwindigkeit 35 bis 50 mol% Fe-II/h
- FeSO<sub>4</sub>/NaOH nach Beendigung erster Oxidation: 0,48

10 Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Magnetite bzw. die erfindungsgemäßen Magnetite lassen sich besonders vorteilhaft für die Herstellung von Tonern, von Druckfarben und von Farbpasten für Tintenstrahldrucker einsetzen..

Die Messung der Eigenschaften der Magnetite erfolgt nach den nachfolgenden Methoden:

- 15 1. Die Farbwerte werden durch Präparation eines Lackes geprüft:

3,2 g Magnetit werden am Microdismembrator (30“) mit einer Achatkugel von 10 mm Durchmesser gemahlen. Dann werden 2,0 g des Bindemittels Alkydal® F48 (Bayer AG, Leverkusen, DE), 0,1 g des zu prüfenden gemahlenen  
20 Magnetits und 1,0 g TiO<sub>2</sub> (Bayertitan® R-FK2; Bayer AG, Leverkusen, DE) auf einer Tellerfarbausreibmaschine der Fa. Engelsmann mit einem Durchmesser von 250 mm (auch Muller genannt) angerieben.

Die Farbwerte L\* (Helligkeit), a\* (Rotstich) und b\* (Blaustich) werden nach  
25 DIN 55 986 mit Dataflash 2000 (d/8°), Gerät A und dem Auswerteprogramm CIELAB2 vom 19.10.1989 bestimmt. Die gesamte Verfahrensweise der Farbmessung ist ausführlich in EP-A 0 911 370 beschrieben.



2. Die Magnetwerte (Koerzitivkraft, spezifische Sättigungsmagnetisierung) spezifische remanente Magnetisierung) werden am Magnetometer der Fa. Bayer (bei 5000 Oe Feldstärke (entspr.  $397,9 \text{ A} \cdot \text{m}^{-1}$ ) gemessen.

5 3. Die BET-Oberfläche wird nach DIN 66 131 gemessen:  
Gasgemisch: 90 % He. 10 % N<sub>2</sub>; Messtemperatur: 77,4 K;  
Ausheizen bei 140°C, 60 Minuten.

10 4. Elementanalyse für Si und Mn:  
Si wird spektralanalytisch durch ICP-OES bestimmt. Mn wird durch Atomabsorptionsspektroskopie bestimmt.

15 5. Elementanalyse für Fe (gesamt), Fe-II und Fe-III:  
Bestimmungen nach DIN 55 913: Der Fe-II-Gehalt wird durch Titration mit KMnO<sub>4</sub> mittels eines Memotitrators (Mettler DL-70) ermittelt. Fe-III wird analog mit TiCl<sub>3</sub> bestimmt. Der Gesamteisengehalt wird aus den beiden Einzelwerten und der Einwaage errechnet. Die Bestimmung der Gehalte der beiden Maßlösungen erfolgt täglich.

20 6. Teilchenform und Teilchengröße:  
Abschätzung der Teilchengröße und -form aus einer transmissionsmikroskopischen (TEM) Aufnahme bei einer 30.000-fachen Vergrößerung.

25 7. Elementanalyse für S:  
Schwefel wird durch ICP-OES bestimmt.

8. Die wasserlöslichen Anteile werden nach ISO-EN 787 Teil 3 bestimmt.

9. Der pH-Wert des Magnetitpulvers wird nach ISO-EN 787 Teil 9 bestimmt.

30

Die Erfindung soll anhand der nachfolgenden Beispiele näher erläutert werden.

Beispiele**Beispiel 1**

5 In einen Rührkessel von 30 Liter Nutzvolumen wurden 7876 g Natronlauge mit einem Gehalt von 300 g/l, was 46,67 mol NaOH entspricht, gegeben. Nach Einschalten der Stickstoffbegasung und des Rührers wurde die Natronlauge auf 80°C aufgeheizt. In 45 Minuten wurden nun 13,430 Liter Eisen-II-sulfatlösung mit einem Gehalt von 237,54 g/l, was 21 mol Fe-II entspricht, zugepumpt. Das FeSO<sub>4</sub>/NaOH-Verhältnis betrug 0,45. Dann wurde die Stickstoffbegasung abgestellt und mit 200 l/h Luft über einen unter dem Rührer angebrachten Begasungsring begast. Die Begasung wurde abgebrochen, nachdem ein Fe-III-Gehalt von 66 mol-% erreicht war. Dann wurde erneut mit Stickstoff begast. Anschließend wurden in 6 Minuten 1100 ml FeSO<sub>4</sub>-Lösung mit 237,54 g FeSO<sub>4</sub>/l, was 1,72 mol FeSO<sub>4</sub> entspricht, zugepumpt. Das FeSO<sub>4</sub>/NaOH-Verhältnis betrug zu diesem Zeitpunkt 0,487. Anschließend wurde mit 15 200 l/h Luft bis zu einem Fe-III-Gehalt von 66,8 mol-% oxidiert.

Nach Beendigung der Oxidation wurde die Suspension filtriert, mit vollentsalztem Wasser gründlich gewaschen und bei 80°C unter Luft getrocknet. Das erhaltene Pulver wurde in einer Prallmühle gemahlen.

Der erhaltene Magnetit hatte folgende Eigenschaften:

	Helligkeit L*	: 60,1 CIELAB
25	a*	: -0,3 CIELAB
	b*	: -6,8 CIELAB
	Koerzitivkraft	: 105 Oe = 8,355 kA/m
	spezifische Sättigungsmagnetisierung	: 114,7 nT/m <sup>3</sup>
	spezifische Remanenz	: 24,1 nTm <sup>3</sup> /g
30	Teilchengröße	: 0,3 µm
	S-Gehalt	: 0,02 Gew.-%, bestimmt als SO <sub>3</sub>

	Mn-Gehalt	: 0,21 Gew.-%
	Wasserlösliche Anteile	: 0,13 Gew.-%
	DIN-pH-Wert	: 8,2
	Temperaturstabilität	: 140 °C
5	Fe-II-Gehalt	: 29.1 mol%
	Teilchenform	: Oktaeder

### Beispiel 2

10

15

20

In einen Rührkessel von 100 m<sup>3</sup> Nutzvolumen wurden 6 800 kg NaOH als Lösung mit einem Gehalt von 300 g/l, was 170 kmol NaOH entspricht, gegeben. Nach Einschalten der Stickstoffbegasung und des Rührers wurde die Natronlauge auf 90°C aufgeheizt. In 22 Minuten wurden nun 39,3 m<sup>3</sup> Eisen-II-sulfatlösung mit einem Gehalt von 269,57 g/l, was 69,74 kmol Fe-II entsprach, zugepumpt. Das FeSO<sub>4</sub>/NaOH-Verhältnis betrug 0,41. Dann wurde die Stickstoffbegasung abgestellt und mit 475 m<sup>3</sup>/h Luft über einen unter dem Rührer angebrachten Begasungsring begast. Die Begasung wurde abgebrochen, nachdem ein Fe-III-Gehalt von 67 mol-% erreicht war. Dann wurde erneut mit Stickstoff begast. Anschließend wurde in 9 Minuten 5,9 m<sup>3</sup> Eisen-II-sulfatlösung mit 269,57 g/l, was 10,47 kmol FeSO<sub>4</sub> entspricht, zugepumpt. Das FeSO<sub>4</sub>/NaOH-Verhältnis betrug zu diesem Zeitpunkt 0.472. Anschließend wurde mit 475 m<sup>3</sup>/h Luft bis zu einem Fe-III-Gehalt von 66.8 mol-% weiter oxidiert.

25

Nach Beendigung dieser Reaktion wurde die Suspension filtriert, mit vollentsalztem Wasser gründlich gewaschen und bei 110°C Abgastemperatur sprühgetrocknet. Das erhaltene Pulver wurde in einer Prallmühle gemahlen.

Der erhaltene Magnetit hatte folgende Eigenschaften:

	Helligkeit L*	: 60,9
	a*	: -0.3
5	b*	: -6.6
	BET-Oberfläche	: 4,2 m <sup>2</sup> /g
	Koerzitivkraft	: 110 Oe = 8,753 kA/m
	spezifische Sättigungsmagnetisierung	: 109,3 nT/m <sup>3</sup>
	spezifische Remanenz	: 20,9 nTm <sup>3</sup> /g
10	Teilchengröße	: 0.4 µm
	S-Gehalt	: 0,09 % SO <sub>3</sub>
	Mn-Gehalt	: 0.24 %
	wasserlösliche Anteile	: 0.19 %
	DIN-pH-Wert	: 8.6
15	Fe-II-Gehalt	: 29,0 mol%
	Teilchenform	: Oktaeder

**Patentansprüche**

1. Verfahren zur Herstellung eines Magnetits mit einer Koerzitivkraft von 6,366  
KA/m bis 10,345 KA/m (= 80 bis 130 Oe) und oktaedrischer Teilchenform, da-  
5 durch gekennzeichnet, dass

a) eine alkalische Komponente in Form einer wäßrigen Lösung unter Schutz-  
gas vorgelegt wird,

10 b) die alkalische Komponente auf eine Temperatur von 50° bis 100° C, vor-  
zugsweise auf 70° bis 90° C aufgeheizt wird,

c) eine Eisen-II-komponente in Form einer wäßrigen Lösung in einer Menge  
zugegeben wird, so dass ein Molverhältnis von Fe-II-komponente zu einem  
15 Äquivalent alkalischer Komponente von 0,38 bis 0,45 vorliegt, und wobei  
die Temperatur auf 50° bis 100°C, vorzugsweise 70° bis 90°C, gehalten  
wird,

d) die unter c) erhaltene Suspension mit einem Oxidationsmittel behandelt  
20 wird, so dass sich eine Oxidationsgeschwindigkeit von 20 bis 50 mol% Fe-  
II/h einstellt, bis ein Fe-III-Gehalt von mehr als 65 mol-% in der Eisenver-  
bindung vorliegt,

e) nach der Oxidation unter d) erneut eine Fe-II-Komponente in Form einer  
25 wäßrigen Lösung zu der in d) erhaltenen Suspension in einer Menge gege-  
ben wird, dass ein Molverhältnis von unter c) eingesetztem Fe-II zu einem  
Äquivalent insgesamt eingesetzter, alkalischer Komponente von 0,47 bis  
0,49, erhalten wird,

30 f) die unter e) erhaltene Suspension erneut mit einem Oxidationsmittel behan-  
delt wird, so dass sich eine Oxidationsgeschwindigkeit von 20 bis 50 mol%

Fe-II/h einstellt, bis ein Fe-III-Gehalt von mehr als 65 mol-% in der Eisen-  
verbindung vorliegt, und dann

g) filtriert und der Rückstand gewaschen, getrocknet und gemahlen wird.

5

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als alkalische Komponente Ammoniak, Alkalimetallhydroxide, Erdalkalimetallhydroxide, Erdalkalimetalloxide oder Alkalimetallcarbonate eingesetzt werden.

10

3. Verfahren gemäß Anspruch 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, dass als Eisen-II-komponente Eisensulfat oder Eisenchlorid eingesetzt wird.

15

4. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass als Oxidationsmittel Luftsauerstoff,  $H_2O_2$ , Chlor, Alkalimetallchlorate oder Nitrat eingesetzt wird.

20

5. Verwendung der nach Ansprüchen 1 bis 4 hergestellten Magnetite in der Elektrofotografie.

6. Verwendung der nach Ansprüchen 1 bis 4 hergestellten Magnetite bei der Herstellung magnetischer Toner.

25

7. Verwendung der nach Ansprüchen 1 bis 4 hergestellten Magnetite zur Einfärbung von Papier, Kunststoff, Lacken und Fasern. Beton und zum Einsatz in Farben verwendet werden.

30

8. Verwendung der nach Ansprüchen 1 bis 4 hergestellten Magnetite zur Einfärbung von Beton und Betonformteilen.

## **Verfahren zur Herstellung von Magnetitteilchen**

### **Z u s a m m e n f a s s u n g**

5

Die Erfindung betrifft ein technisch besonders einfaches Verfahren zur Herstellung von Magnetitteilchen.